

WEST

Generate Collection

Print

L12: Entry 9 of 10

File: DWPI

Feb 25, 1993

DERWENT-ACC-NO: 1993-067839

DERWENT-WEEK: 200039

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Fertiliser granules coated with several distinct layers of polyurethane - formed by hardening poly:isocyanate-poly:ol coating mixt., provide sustained, diffusion controlled nutrient release

INVENTOR: BURGER, H; JASCHKOWITZ, M ; KLOTH, B ; KOHL, W ; WEGENER, H ; WEHR, P ; BUERGER, H

PATENT-ASSIGNEE: AGLUKON SPEZIALDUNGER GMBH (AGLUN), AGLUKON SPEZIALDUENGER GMBH (AGLUN), AGLUCON SPETZIALDUNGER GMBH (AGLUN)

PRIORITY-DATA: 1991DE-4127459 (August 20, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 4127459 A1	February 25, 1993		011	C05G003/00
HU 218166 B	June 28, 2000		000	C05G003/00
WO 9304017 A1	March 4, 1993	G	022	C05G003/00
AU 9224399 A	March 16, 1993		000	C05G003/00
DE 4127459 C2	July 29, 1993		011	C05G003/00
ZA 9206284 A	July 28, 1993		019	C05G000/00
PT 100787 A	September 30, 1993		000	C05G005/00
NO 9400386 A	February 7, 1994		000	C05G003/00
FI 9400776 A	February 18, 1994		000	C05G000/00
EP 599927 A1	June 8, 1994	G	000	C05G003/00
CZ 9400367 A3	July 13, 1994		000	C05G003/00
AU 652663 B	September 1, 1994		000	C05G005/00
JP 07500560 W	January 19, 1995		000	C05G003/00
NZ 244013 A	February 24, 1995		000	C05G005/00
HU 70289 T	September 28, 1995		000	C05G003/00
IL 102868 A	October 31, 1995		000	C05G003/00
EP 599927 B1	June 11, 1997	G	011	C05G003/00
DE 59208613 G	July 17, 1997		000	C05G003/00
ES 2104939 T3	October 16, 1997		000	C05G003/00
CZ 282958 B6	November 12, 1997		000	C05G003/00
RU 2091357 C1	September 27, 1997		008	C05G003/00
NO 303908 B1	September 21, 1998		000	C05G003/00

DESIGNATED-STATES: AU CA CS FI HU JP NO PL RU US AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LU MC NL SE AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LI LU NL SE

CITED-DOCUMENTS:DE 3544451; US 3264089 ; US 4711659

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
DE 4127459A1	August 20, 1991	1991DE-4127459	
HU 218166B	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
HU 218166B	August 18, 1992	1994HU-0000479	
HU 218166B		HU 70289	Previous Publ.
HU 218166B		WO 9304017	Based on
WO 9304017A1	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
AU 9224399A	August 18, 1992	1992AU-0024399	
AU 9224399A		WO 9304017	Based on
DE 4127459C2	August 20, 1991	1991DE-4127459	
ZA 9206284A	August 20, 1992	1992ZA-0006284	
PT 100787A	August 19, 1992	1992PT-0100787	
NO 9400386A	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
NO 9400386A	February 7, 1994	1994NO-0000386	
FI 9400776A	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
FI 9400776A	February 18, 1994	1994FI-0000776	
EP 599927A1	August 18, 1992	1992EP-0917606	
EP 599927A1	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
EP 599927A1		WO 9304017	Based on
CZ 9400367A3	August 18, 1992	1994CZ-0000367	
AU 652663B	August 18, 1992	1992AU-0024399	
AU 652663B		AU 9224399	Previous Publ.
AU 652663B		WO 9304017	Based on
JP 07500560W	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
JP 07500560W	August 18, 1992	1993JP-0504031	
JP 07500560W		WO 9304017	Based on
NZ 244013A	August 19, 1992	1992NZ-0244013	
HU 70289T	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
HU 70289T	August 18, 1992	1994HU-0000479	
HU 70289T		WO 9304017	Based on
IL 102868A	August 19, 1992	1992IL-0102868	
EP 599927B1	August 18, 1992	1992EP-0917606	
EP 599927B1	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
EP 599927B1		WO 9304017	Based on
DE 59208613G	August 18, 1992	1992DE-0508613	
DE 59208613G	August 18, 1992	1992EP-0917606	
DE 59208613G	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
DE 59208613G		EP 599927	Based on
DE 59208613G		WO 9304017	Based on
ES 2104939T3	August 18, 1992	1992EP-0917606	
ES 2104939T3		EP 599927	Based on
CZ 282958B6	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
CZ 282958B6	August 18, 1992	1994CZ-0000367	
CZ 282958B6		CZ 9400367	Previous Publ.
CZ 282958B6		WO 9304017	Based on
RU 2091357C1	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
RU 2091357C1	August 18, 1992	1994RU-0015604	
NO 303908B1	August 18, 1992	1992WO-DE00697	
NO 303908B1	February 7, 1994	1994NO-0000386	
NO 303908B1		NO 9400386	Previous Publ.

599927 B1 INT-CL (IPC): B29B 9/16; C05G 0/00; C05G 3/00; C05G 3/10; C05G 5/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4127459A

BASIC-ABSTRACT:

Prepn. of membrane-coated fertiliser granules comprises applying in layers, a mixt. of polyisocyanate (I) and polyol (II). The new feature is that the coating mass is applied to form layers each 10-30 (pref. 15-20) microns thick.

Each portion of coating mass is individually hardened with a liq., atomised amine, and after each hardening step the amine concn. is reduced to an inactive level before applying the next layer.

USE/ADVANTAGE - The granules preferentially release N in the early stages, and K later. They can be prepd. economically and on a large scale, with high homogeneity in each layer; are physically stable, resistant to frost and provide sustained release of nutrients in accordance with the laws of diffusion. The granules can be used alone or combined with other fertiliser

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4127459C

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

Fertiliser granules with a membrane coating are produced by forming layers of polyisocyanate and polyol, with each layer hardened separately with a mist of liq. amine. The individual layers are 10-30 microns thick. Between each hardening process, the amine concn. is reduced using a non-catalytic water gauge, before the next layer is applied. Pref. the mixt. is supplied at a temp. of 25-50 deg.C.

USE/ADVANTAGE - The delayed release fertiliser can be designed to release different components at different times, e.g. K may be released more slowly or later than N.

EP 599927B

A process for the manufacture of membrane-covered fertiliser granules by applying layers of a mixture of polyisocyanate and polyol, the layers each being cured separately with amine nebulized in liquid form, wherein the mixture is applied in each case in amounts such that the individual layers have a layer thickness of from 10 to 30 mm and, after the curing of each layer, the amine concentration is reduced to a level which is not catalytically active before the next layer is applied.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/8 Dwg.0/8 Dwg.0/8

DERWENT-CLASS: A97 C04

CPI-CODES: A05-G01E1; A11-B05C; A12-B; A12-W04B; C04-C03D; C05-B02A4; C10-E04C; C12-M10; C12-M10A; C12-M11D; C12-N09; C12-N10;



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Off nl gungsschrift**
⑩ **DE 41 27 459 A 1**

⑳ Aktenzeich n: P 41 27 459.8
㉑ Anmeldetag: 20. 8. 91
㉒ Offenlegungstag: 25. 2. 93

㉓ Int. Cl.⁵:
C 05 G 3/00
C 05 G 3/10
C 05 G 5/00
// (C05G 3/00,1:06)
(C05G 3/10,
1:06)C08J 9/08,C09D
175:00

DE 41 27 459 A 1

㉔ Anmelder:
Aglukon Spezialdünger GmbH, 4000 Düsseldorf, DE

㉕ Erfinder:
Bürger, Horst, Dipl.-Ing.agr. Dr., 5000 Köln, DE;
Jaschkowitz, Michael, Dipl.-Ing., 4154 Tönisvorst,
DE; Kloth, Bernhard, Dipl.-Ing. Dr., 5000 Köln, DE;
Kohl, Wilhelm, Dipl.-Chem. Dr., 4047 Dormagen, DE;
Wegener, Holger, Dipl.-Ing., 4040 Neuß, DE; Wehr,
Peter, 4000 Düsseldorf, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉖ Verfahren zur Herstellung von membranumhüllten Düngemittelgranulaten

㉗ Es wird ein Verfahren zur Herstellung von membranumhüllten Düngemittelgranulaten durch schichtweises Aufbringen eines Gemisches von Polyisocyanat und Polyol beschrieben, bei dem die Beschichtungsmasse in Anteilen so appliziert wird, daß die Schichten jeweils eine Schichtdicke von 10-30 µm, vorzugsweise von 15-20 µm haben. Die so hergestellten Düngemittelgranulate haben den Vorteil einer anfänglichen Stickstoffbetonung und einer späteren Kaliumbetonung.

DE 41 27 459 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von membranumhüllten Düngemittelgranulaten zur bedarfsgerechten Pflanzenernährung.

Eine moderne, umweltgerechte und bedarfsbezogene Pflanzenernährung stützt sich heute in steigendem Maße auf Langzeiddünger, die durch chemische Modifikation der Nährstoffe oder durch Umhüllung löslicher Düngemittelgranulate gekennzeichnet sind.

Umhüllte Langzeiddünger werden in zahlreichen Patenten beschrieben. So werden unter anderem als Umhüllungsstoffe Harnstoffformaldehydharze, PE, PP, Alkydharze, Epoxidharze und in neuerer Zeit Polyurethanharze herangezogen (z. B. DE 35 44 451, US 32 64 088, GB 10 11 463, EP 02 76 179, DE 28 34 513, US 32 23 518, NL-PS 1 29 279). Mit den genannten Systemen ist es mehr oder weniger gelungen, die Nährstofffreisetzungen zeitlich zu modifizieren, so daß Freisetzungszeiträume für kürzere oder längere Kulturzeiten realisiert werden können.

Nachteilig bei den bekannten Verfahren ist, daß Parameter für die bedarfsgerechte Pflanzenernährung, wie z. B. Homogenität der Einzelkornbeschichtung, physikalische Belastbarkeit, Frostunempfindlichkeit, bisher nicht oder nur unvollkommen gelöst werden konnten. Vor allem ist es bisher nicht gelungen, aus speziellen Salz-mischungen heraus die Einzelnährstofffreisetzung so zu steuern, daß z. B. Kalium gegenüber Stickstoff stärker verzögert freigesetzt wird.

Aufgabe der Erfindung ist es, die bekannten Nachteile zu überwinden. Es wurde nun ein wirtschaftlicher, industrieller Produktionsprozeß gefunden, der es ermöglicht, bei hinreichend hoher Homogenität der Einzelkornbeschichtung ein physikalisch belastbares, frostbeständiges Granulat zu erzeugen, aus dem die Nährstofffreisetzung gezielt verzögert im Sinn der Fick'schen Diffusionsgesetze verläuft.

Eine wesentliche Voraussetzung zur Erzielung hoher mechanischer Belastbarkeit ist die Auswahl eines hoch belastbaren Hüllmaterials, welches wenn es auf dem Düngergranulat appliziert ist, seine mechanischen Eigenschaften voll zur Geltung bringt.

Als geeignet für die erfindungsgemäße Umhüllung hat sich ein Lösungsmittelfreies, bei Raumtemperatur verarbeitbares Zweikomponenten-Polyurethanharzsystem, welches über Aminkatalyse in sehr kurzen Zeiten aushärtbar ist (vergleiche DE 35 44 451), erwiesen.

Der erfindungsgemäße Beschichtungsprozeß wird in einer Trommel durchgeführt, die mit speziellen Einbauten versehen ist. Zum einen stellen besonders geformte Mischschaufeln die Homogenität der Mischung sicher, zum anderen führen Luftkanäle in das Granulatbett, um dieses intensiv belüften zu können. Die Reaktion erfolgt im geschlossenen System.

Die Granulate für diesen Beschichtungsprozeß müssen weitgehend rund, staubarm, abriebfest, bruchfest und die darin enthaltenen Nährstoffe weitgehend wasserlöslich sein. Ein enges Kornspektrum der Granulate ist zweckmäßig, wobei der Faktor 3 zwischen den kleinsten und den größten Granulatkörnern ausreichend ist.

In der DE 35 44 451 wird ein Beschichtungsverfahren beschrieben, bei dem bei einer geplanten Granulatbeschichtung von 15 Gew.-% Hülle, bezogen auf das Endprodukt, die Hüllmasse aus Polyisocyanat und Polyol 3mal in 5% Portionen bei gleichzeitiger permanenter Katalysatorbegasung mit bei 20°C amingsättigtem Stickstoffgas aufgebracht wird. Das Ergebnis einer derartigen Beschichtung führt zu einer Anfangsfreisetzung von bis zu 18% nach 24 Stunden (Beispiel 1).

Die Freisetzung von Elektrolyten aus kunststoff-umhüllten Düngemitteln in einer wässrigen Lösung wird durch Messung der Leitfähigkeit bestimmt.

Hierzu werden 10,0 g der zu prüfenden Probe in 800 ml Wasser mit einer Leitfähigkeit kleiner als 0,5 µS/cm gegeben. Bei 25°C wird das Wasser t Tage mit konstanter Drehzahl von 300 U/min gerührt. Die Veränderung des Salzgehaltes der Lösung nach Ablauf von t Tagen wird konduktometrisch bestimmt.

Zum Erstellen einer Eichkurve wird die Leitfähigkeit in Lösungen mit 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 und 10,0 g gelöster Probe in 800 ml Wasser Leitfähigkeit in mS/cm gemessen.

Die Abgaberate R wird dann anhand der Eichkurve bestimmt, wobei sich die mittlere Abgaberate pro Tag R_m bestimmt durch $R_{t2} - R_{t1} / t2 - t1$ mit R_{t1} = Abgaberate nach $t1$ Tagen und R_{t2} = Abgaberate nach $t2$ Tagen.

Die Grundfließcharakteristik läßt zwar eine Verzögerung der Nährstofffreisetzung erkennen, gibt aber nicht alle Hinweise für das Vorliegen einer echten Membran. Als Indizien für eine membrangesteuerte Diffusion (Membranfunktion) sind anzusehen:

a) eine meßbare Membranaktivierungszeit und

b) die Anwendbarkeit des Fick'schen Diffusionsgesetzes gemäß folgender Differentialgleichung:

$$\frac{dmi}{dt} = -K \times \frac{1}{n(T)} \times \frac{\Delta ci(T)}{f(ri)} \times \frac{F}{D} \times T$$

m_i molare Konzentration des Stoffes i

t Zeit

K Konstante: $R/(6 \pi N)$

R : Gaskonstante

N : Loschmidt-Zahl

$n(T)$ Viskosität Membran/Lösung (Stoffeigenschaft der Hülle bei guter Ausführung)

$\Delta ci(T)$ Konzentrationsgefälle des Stoffes i (Stoffeigenschaft der Kernzusammensetzung)

$f(ri)$ Geschwindigkeitsfaktor des Teilchens i mit dem Radius r (Stoffeigenschaft der Kernzusammensetzung)

F Membranfläche (Korngrößenverteilung und Oberflächenstruktur der Granulate)
 D Membranstärke (aufgebrachte effektive Lackdicke)
 T Temperatur in ° Kelvin

Dabei ist die Freisetzung der Nährstoffe in der Zeiteinheit nicht nur von der Gesamtmembranfläche, der Membranstärke und der Temperatur abhängig, sondern im wesentlichen auch vom Konzentrationsunterschied der einzelnen gelösten Stoffe innerhalb der umhüllten Granulate zu der die Granulate umgebenden Lösung.

Überraschend wurde nun gefunden, daß man bei einer besonderen Prozeßführung Granulate erzeugen kann, die in ihrer Freisetzungsscharakteristik alle typischen Merkmale einer membranregulierten Diffusion zeigen. So wurden mit dem erfindungsgemäßen Verfahren umhüllte Granulate erhalten, die eine meßbare, charakteristische Membranaktivierungszeit aufweisen. Die daran anschließende Nährstofffreisetzung belegt ebenfalls die aktive Trennung der Wirkstoffreserve von der umgebenden Lösung.

Zur Erzeugung dieser vollständigen Membran als Diffusionsregulativ wird das aufzutragende Hüllmaterial bestehend aus Polyisocyanat und Polyol so aufgeteilt, daß Schichtdicken von 10 bis 30 µm, vorzugsweise 15 bis 25 µm, nicht überschritten werden. Das bedeutet bei einem Granulat im Kornspektrum von 2 bis 4 mm und einem Medianwert von 3,0 mm eine aufzubringende Teilmenge von ca. 1 bis 3%, vornehmlich kleiner gleich 2% Masse, bezogen auf die Masse der zu beschichtenden Granulate.

Dieser Hüllmassenanteil wird nach einer definierten Verteil- und Verlaufszeit mittels eines hochkonzentrierten Aminnebels als Katalysator spontan zur Reaktion gebracht. Der hoch konzentrierte Aminnebel wird direkt aus unverdünntem Amin airless mit einem Druck von 2 bis 10 bar, vorzugsweise 3 bis 5 bar, bei einem Volumenstrom von 10 bis 30 ml/s erzeugt.

Der hochkonzentrierte Aminnebel ermöglicht es, im Gegensatz zu einer Begasung mit nur einem verdünnten Amin-Luft-Gemisch, gleichzeitig an allen Reaktionsstellen auf die gesamte aufgetragene Hüllmasse ein so hohes Katalysatorpotential aufzubringen, daß eine gleichzeitige, spontane Aushärtung auf jedem Einzelkorn stattfindet. Dabei wird die äußerst empfindliche Gelphase, die den Übergang darstellt zwischen frei fließender Harzmischung und klebfreier Lackoberfläche, extrem schnell ohne Zerstörung der gerade auszubildenden Lackhülle durchlaufen.

Nach Erreichen der Klebfreiheit wird das Amin durch Be- und Entlüftung vor dem nächsten Hüllmassenauftrag so weit entfernt, daß eine vorzeitige Einleitung der Reaktion vor der nächsten Verteil- und Verlaufsphase unterbunden wird. Diese erfindungsgemäße Trennung der einzelnen Reaktionsphasen ist wesentlich für den dichten Einzelkornmembranaufbau. Ein intermediäres Aneinanderkleben einzelner Körner würde beim Trennen der Körner zu Ribildung und somit Verletzung der bisher ausgebildeten Oberfläche führen und die Beschichtungsqualität erheblich herabsetzen.

Die Temperatur im Reaktionsbett beeinflusst sowohl Lackverteilung und -verlauf als auch die Reaktionszeit. Es wurde gefunden, daß in einem Temperaturbereich von 25 bis 50°C, vorzugsweise im Bereich von 30 bis 40°C Verlauf und Verteilung durch Viskositätsniedrigung ausreichend beschleunigt sind, ohne daß im gleichen Maße die Reaktionszeit verkürzt wird. Die Katalysatormenge wird unter Beibehaltung des Katalysatorpotentials der erhöhten Temperatur angepaßt, d. h. reduziert. Die Temperaturführung erfolgt durch Variation der Zulufttemperatur abhängig von der freiwerdenden Prozesswärme.

Die Belüftung nach Eintrag des Aminnebels und entsprechender Reaktionszeit erfolgt vorzugsweise durch Einbringen von Luft direkt in das Innere des Granulatbettes. Durch den dadurch ermöglichten schnellen Gasaustausch wird das Granulatbett von Amin befreit und so für den folgenden Hüllmassenauftrag in optimaler Zeit vorbereitet.

Zur Ausbildung der angestrebten Membranstärke wird der beschriebene Beschichtungsvorgang mehrfach wiederholt. Dabei hat es sich gezeigt, daß bei einer Granulattemperatur von 30°C zu Beginn des ersten Beschichtungsablaufs, z. B. durch Aufheizen mit Luft mit einer Zulufttemperatur von ca. 80°C, nach dem dritten Beschichtungsaufrag die Temperatur durch Kühlung mit Zuluft von Raumtemperatur in dem optimalen Temperaturbereich von 30 bis 40°C gehalten werden kann. Parallel dazu wird die Aminmenge gestaffelt herabgesetzt. So wird z. B. mit Dimethylisopropylamin zum ersten Beschichtungsvorgang 2–5% Masse, bezogen auf applizierte Hüllmasse, aufgebracht. Diese kann dann bei den weiteren Beschichtungsschritten bis auf 0,5% Masse verringert werden.

Ein reproduzierbarer Produktionsvorgang wird sinnvollerweise durch Prozeßkontrolle und -steuerung über eine SPS (speicherprogrammierbare Steuerung) sichergestellt.

Beispiel 1

Herstellung membranumhüllter Düngergranulate mit einer Nährstofffreisetzungszeit von 8 Monaten.

450 kg eines Rundgranulates NPK 16-10-20 werden in einer verschleißbaren Trommel vorgelegt und durch Durchströmen von auf 80°C vorgeheizter Luft auf eine Granulattemperatur von 30°C aufgewärmt. Bei rotierenden Trommel wird im ersten Schritt 8,8 kg einer Polyol-Polyisocyanatmischung auf das Granulat aufgetropft und insgesamt 2 min. gemischt.

Anschließend wird ohne weitere Luftzufuhr bei geschlossener Trommel Dimethylisopropylamin airless über zwei Breitstrahlröhen, Durchmesser 0,4 mm, mit einem Druck von etwa 4 bar und einem Volumenstrom von 18,7 ml/s appliziert. Nach 1 min. Wirkzeit wird durch Zuschalten von Zuluft und Abluft gezielt innerhalb von weiteren 4 min. die Aminkonzentration im Granulatbett unter 250 ppm gesenkt.

Die Schrittfolge Harzapplikation, Mischzeit, Aminapplikation, Wirkzeit und Belüftung wird sechsmal durchlaufen, wie aus der nachfolgenden Tabelle zu ersehen ist.

Tabelle

Schritt	Harz	Kat.	Zuluft-Temperatur (°C)	Granulat-
1.	8,8 kg	0,24 kg	80	30
2.	8,8 kg	0,20 kg	80	33
3.	8,8 kg	0,18 kg	80	35
4.	8,8 kg	0,16 kg	80	38
5.	8,8 kg	0,14 kg	20	38
6.	8,8 kg	0,14 kg	20	36
total	52,8 kg	1,06 kg		

Der Beschichtungsprozeß mit den Parametern Zuluft- und Granulattemperatur sowie Katalysator-Konzentration ist nochmals in Darstellung Fig. 1 graphisch dargestellt.

Die so hergestellte Harzmembran erfüllt die Bedingungen der zuvor angegebenen Diffusionsgleichung nach Fick.

So ist vor allem eine meßbare Membranaktivierung zu beobachten, die sich besonders bei niedrigen Temperaturen durch eine deutliche Verzögerung des Beginns der Nährstoffabgabe bemerkbar macht, wie aus der Darstellung Fig. 2 zu ersehen ist. In dieser Darstellung wird die nach dem Fick'schen Diffusionsgesetz zu erwartende Temperaturabhängigkeit der kumulativen Nährstofffreisetzung aus dem nach Beispiel 1 hergestellten Granulat gezeigt.

Die Abhängigkeit der Diffusionsgeschwindigkeit von der granulatumgebenden Hüllstärke zeigt die Darstellung Fig. 3. Die in dieser Darstellung gemessenen Granulate wurden wie im Beispiel 1 mit unterschiedlichen Harzmengen hergestellt.

Die Darstellung Fig. 4 zeigt das charakteristische Auflösungsverhalten eines NPK 16-10-20-Düngers anhand der Einzelnährstofflöslichkeiten in einem geschlossenen System unter Simulation von Wassereintritt und Nährstoffabgabe, wie sie im ideal umhüllten Düngerkern zu erwarten wäre.

Die Darstellung Fig. 5 zeigt die realen Verhältnisse der Nährstofffreisetzung des nach Beispiel 1 erfindungsgemäß hergestellten Düngergranulates.

Die Veränderung des NPK-Verhältnisses im Zeitverlauf der Nährstoffabgabe des gemäß Beispiel 1 umhüllten Düngergranulats (Fig. 5) entspricht der theoretischen Erwartung (Fig. 4). Dieser analytische Befund zeigt, daß die im Innenraum des umhüllten Einzelkorns vorliegende gesättigte Lösung nach dem Membrandurchtritt in die Außenlösung zu gleichen Nährstoffverhältnissen führt.

Die Darstellung Fig. 6 zeigt im Vergleich von Einzelkornmessungen des erfindungsgemäßen Granulats A gegenüber einem Vergleichsprodukt B (Osmocote®, Fa. Sierra, Heerlen NL) die hohe Homogenität des Produkts aus dem erfindungsgemäßen Herstellungsprozeß (analog Beispiel 1 mit 4 Beschichtungsschritten).

In der Anwendung von umhüllten Langzeitdüngern, die zur Bevorratung von Substraten eingesetzt werden sollen, sind unter Praxisverhältnissen mechanische Einmischung, Lagerfähigkeit bereits bevorrateter Substrate generell, aber auch nicht vorhersehbare Frosteinwirkungen, wichtige kritische Faktoren.

In der Darstellung Fig. 7 ist dargelegt, wie sich das erfindungsgemäß hergestellte Granulat im Vergleich zu anderen umhüllten Produkten (Osmocote®, Fa. Sierra, Heerlen NL) während der Lagerung mit und ohne zeitweilige Frosteinwirkung verhält. Während das Vergleichsprodukt nach Frosteinwirkung seine Eigenschaft der verzögerten Nährstofffreisetzung vollständig verloren hat, ist diese Eigenschaft beim erfindungsgemäß hergestellten Granulat nur geringfügig beeinträchtigt.

In der Darstellung Fig. 8 ist dargelegt, wie sich das erfindungsgemäß hergestellte Granulat im Vergleich zu anderen umhüllten Produkten (Vergleichsprodukt wie oben) bezüglich ihrer mechanischen Belastbarkeit bei der Substratherstellung verhält. So wird das Nährstofffreisetzungsverhalten von erfindungsgemäß erzeugten Granulaten auch bei starkem, d. h. mehrmaligem, maschinelltem Mischen nur geringfügig erhöht, wogegen das Vergleichsprodukt eine nicht akzeptable direkte Salzfreesetzung aus zerstörten Granulaten zeigt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von membranumhüllten Düngemittelgranulaten durch schichtweises Aufbringen eines Gemisches von Polyisocyanat und Polyol, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtungsmasse in Anteilen so appliziert wird, daß die Schichten jeweils eine Schichtdicke von 10 – 30 µm, vorzugsweise von 15 – 20 µm haben.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die anteilig aufgetragenen Hüllmengen jeweils separat mit flüssig vernebeltem Amin einzeln ausgehärtet werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß nach jeder Schichtaushärtung die Aminkonzentration auf einen nicht katalytisch wirksamen Pegel abgesenkt wird, bevor die nächste Schicht aufgetragen wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umhüllung in einem Temperaturbereich von 25 bis 50°C, vorzugsweise 30 bis 40°C durchgeführt wird.

5. Anwendung von nach Ansprüchen 1 bis 4 hergestellten Düngemittelgranulaten zur spezifischen Pflanzenernährung aus einem einheitlichen Düngergranulat mit anfänglicher Stickstoffbetonung und späterer Kali-

umbetonung aus der verfügbaren Nährstoffrelation.

6. Anwendung von nach Ansprüchen 1 bis 4 hergestellten Düngemittelgranulaten in Kombination mit anderen oder gleichartigen Düngern als Mischprodukte.

Hierzu 6 Seite(n) Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

Fig. 1

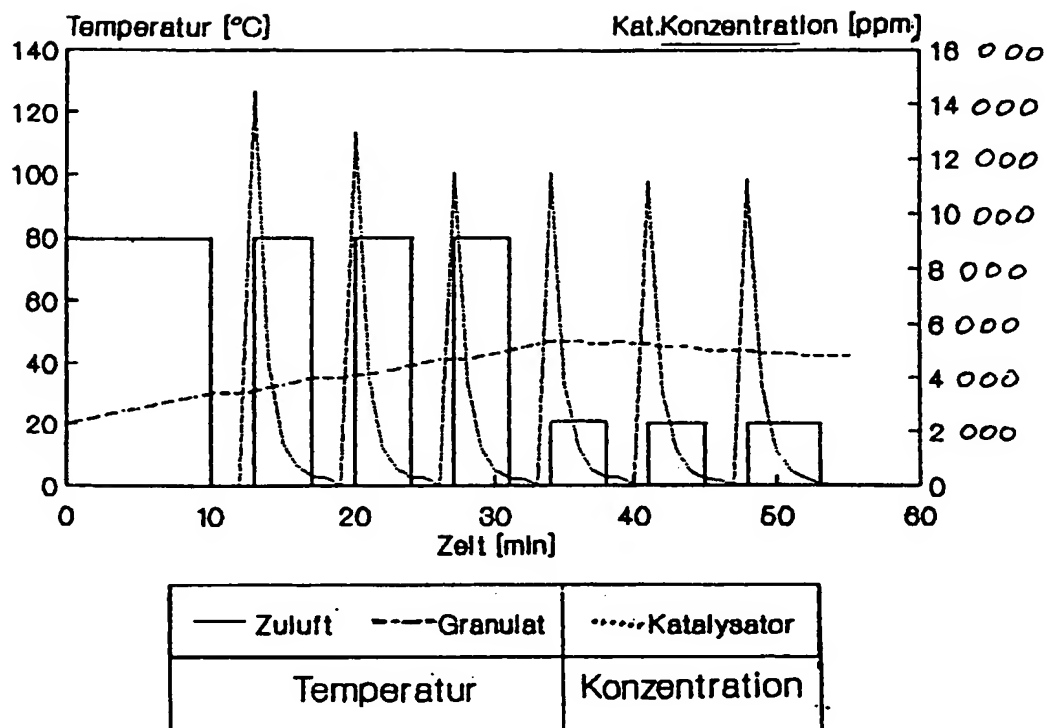


Fig. 2

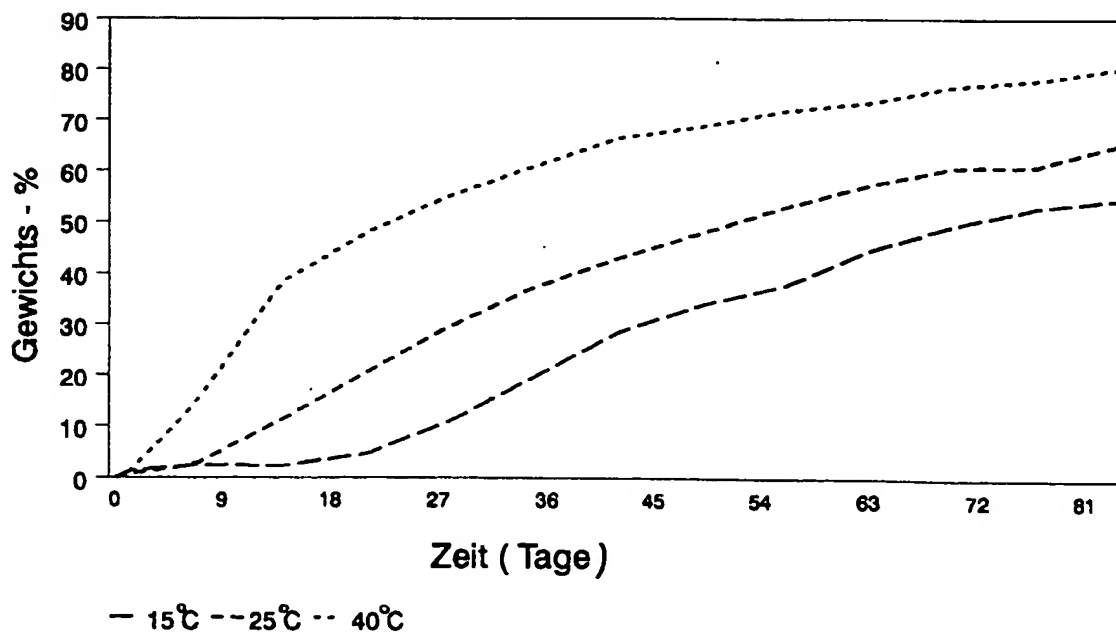


Fig. 3

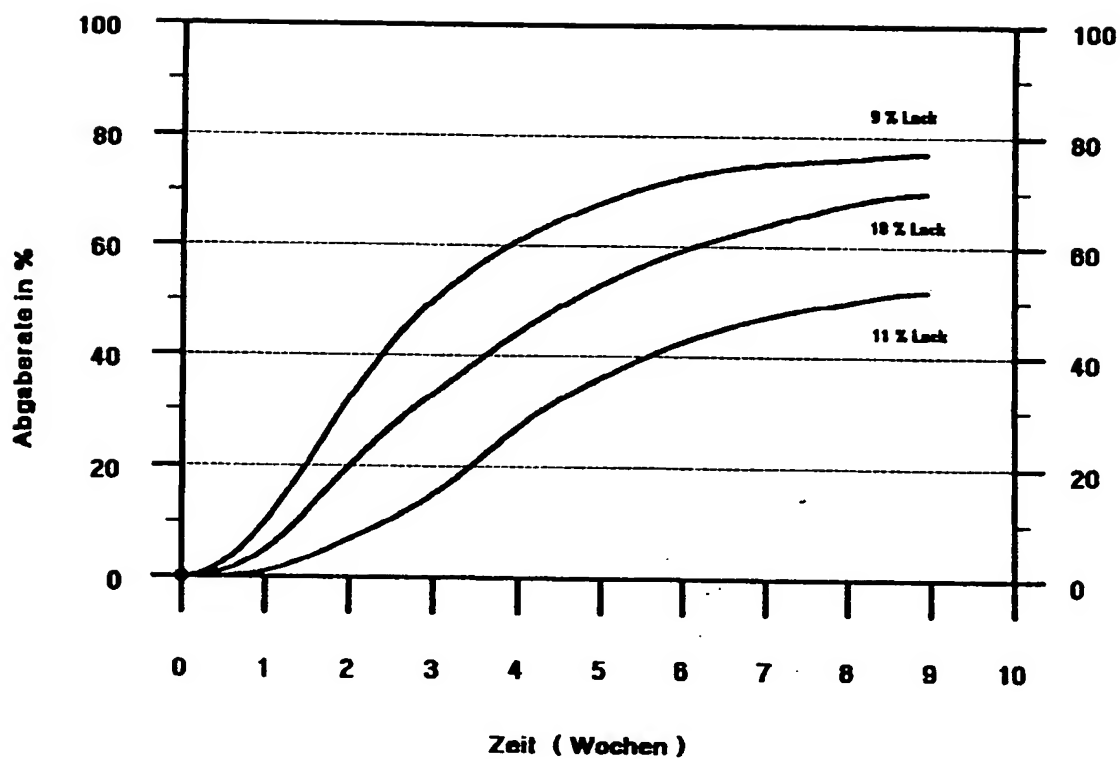


Fig. 4

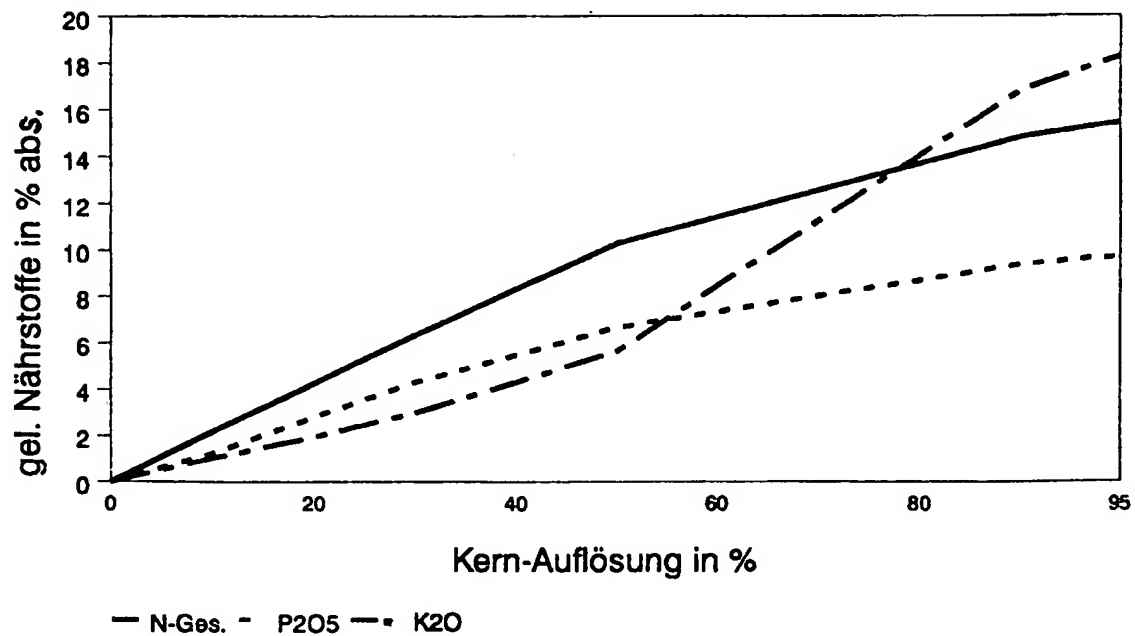


Fig. 5

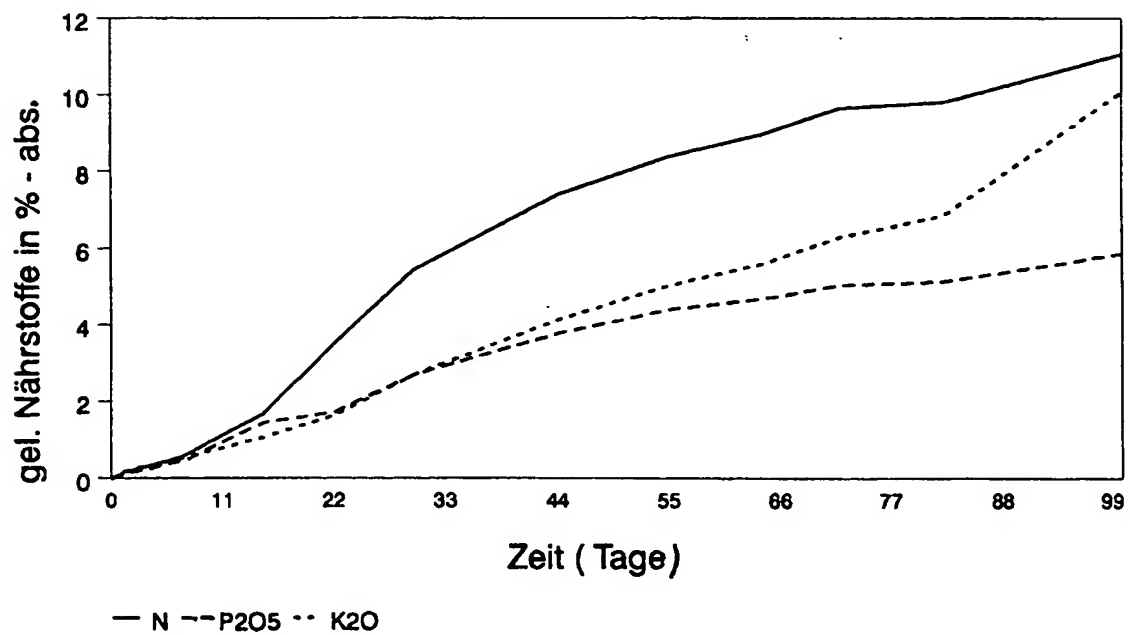
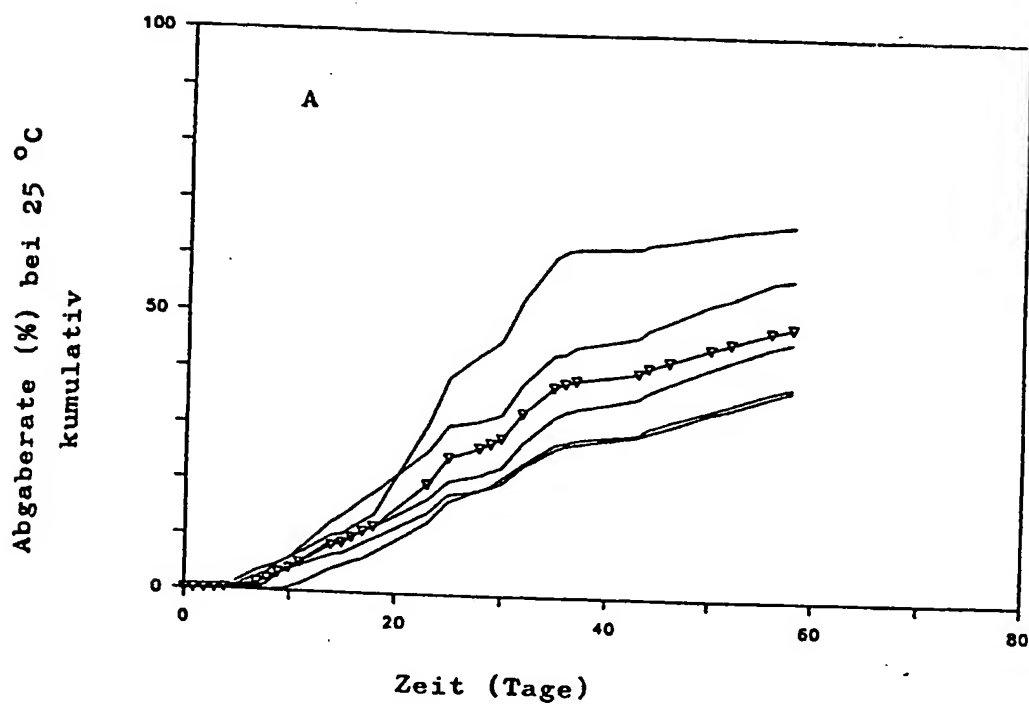


Fig. 6



▽ ▽ Mittelwerte

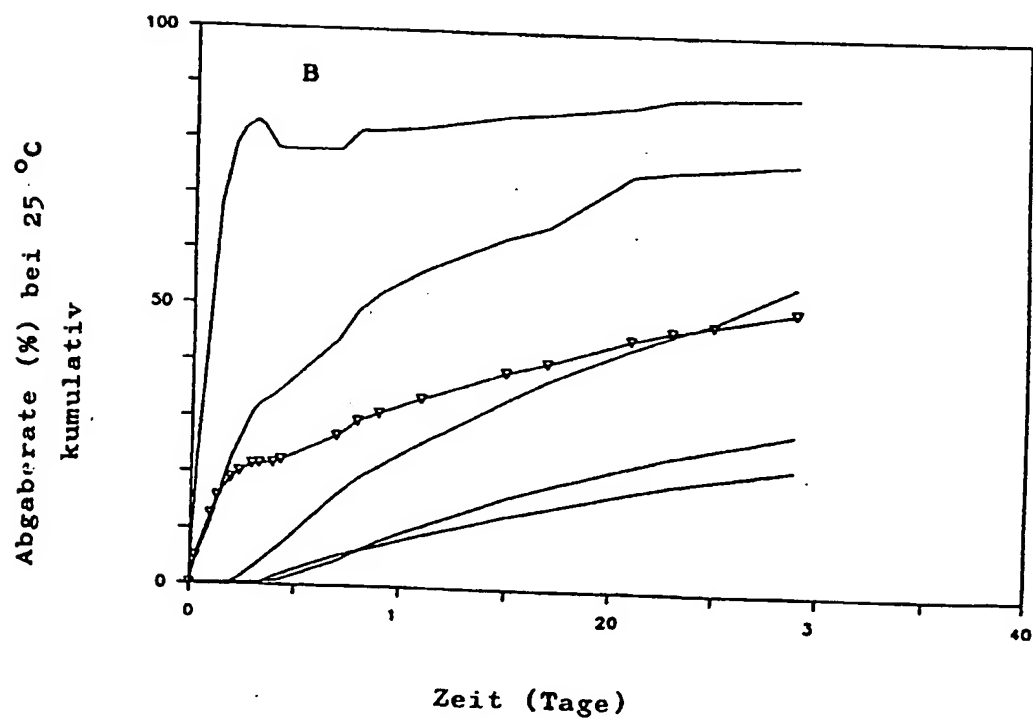


Fig. 7

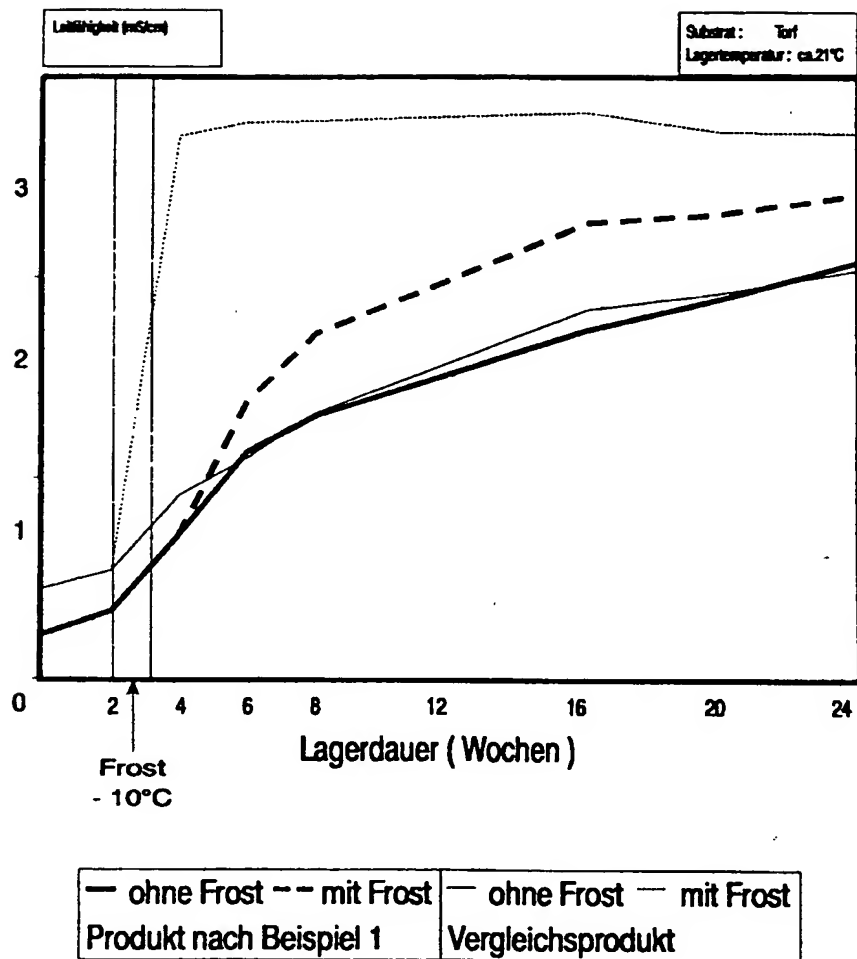


Fig. 8

